

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-330927

(43)Date of publication of application : 15.12.1998

(51)Int.Cl. C23C 14/34
C22C 21/00

(21)Application number : 09-163400

(71)Applicant : RIYOUKA MASSEY KK

(22)Date of filing : 05.06.1997

(72)Inventor : NAGANO SHOZO
TSUCHIYA ATSUSHI

(54) SPUTTERING TARGET MATERIAL MADE OF ALUMINUM ALLOY**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a target material minimal in the generation of particles, etc., at the time of formation of a thin aluminum alloy film by sputtering, by forming subgrains in the crystal structure of an aluminum alloy.

SOLUTION: Preferred average crystalline grain size of subgrains is 20 μ m. An aluminum alloy worked into billet or ingot is subjected to plastic working to undergo formation of subgrains in the inner part and then cooled, which is used as a target material. Warm or hot plastic working at 100 to 450° C is applied to the aluminum alloy at 50 to 90% draft. After plastic working, the aluminum alloy is thrown into water and cooled rapidly, by which subgrains are formed. A backing plate is jointed to the rear of the resultant target material, which is used for sputtering after the end face and surface are subjected to facing by means of a lathe, etc., or to grinding finish. It is preferable to use high purity aluminum of 99.99% purity for the aluminum alloy.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 10 - 330927

(43) 公開日 平成 10 年 (1998) 12 月 15 日

(51) Int. Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C23C 14/34			C23C 14/34	A
C22C 21/00			C22C 21/00	Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平 9 - 163400

(22) 出願日 平成 9 年 (1997) 6 月 5 日

(71) 出願人 395000876

菱化マッセイ株式会社

東京都中央区八重洲 2 丁目 8 番 1 号

(72) 発明者 長野 昌三

新潟県上越市福田 1 番地 菱化マッセイ株式会社内

(72) 発明者 土屋 敦

新潟県上越市福田 1 番地 菱化マッセイ株式会社内

(74) 代理人 弁理士 岡田 数彦

(54) 【発明の名称】 アルミニウム合金製スバッタリングターゲット材

(57) 【要約】

【課題】 スバッタリングによりアルミニウム合金薄膜を形成する際にパーティクル等の発生が少ないアルミニウム合金製ターゲット材を提供する。

【解決手段】 アルミニウム合金に対して、例えば、温間または熱間で塑性加工を行なった後、冷却することによりスバッタリングターゲット材の結晶組織内に亜結晶粒を形成させる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 結晶組織内に亜結晶粒を形成させて成ることを特徴とするアルミニウム合金製スパッタリングターゲット材。

【請求項 2】 亜結晶粒の平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下である請求項 1 または 2 に記載のスパッタリングターゲット材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、アルミニウム合金製スパッタリングターゲット材に関するものであり、詳しくは、スパッタリング時にパーティクルの発生が少ないアルミニウム薄膜を形成し得る上記のスパッタリングターゲット材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 スパッタリングとは、高真空中、スパッタリングターゲット材（以下、単にターゲット材と略記する）の表面にアルゴン等のガスイオン粒子を照射し、ターゲット材物質表面から叩き出される原子または数個の原子から成るクラスターを被着対象基板（以下、単に基板と言う）上に堆積させて薄膜を形成させる処理方法であり、半導体の薄膜回路形成の分野などで広く使用されている。

【0003】 ターゲット材は、通常、各々のターゲット材の裏面に夫々冷却用バックングプレートと接合し、スパッタリング装置の規格に調製し、さらに、表面を面削り加工または研磨仕上げした後、スパッタリングに供される。なお、本発明においては、ターゲット材とバックングプレートとを接合したものをターゲットと称する。

【0004】 スパッタリングにより基板上に形成される金属薄膜の品質は、スパッタリング時点のターゲット材表面の粗さにより影響される。例えば、ある程度以上の大きさの突起部が表面に突出している場合は、当該突起部においてマイクロアーキングと呼ばれる異常放電が起り易くなる。そして、異状放電が起った場合は、ターゲット材の表面から数 μm オーダーの巨大粒子が飛散して基板上に付着し、半導体の薄膜回路の短絡などのトラブルの原因となるため、良品の歩留まりが低下する。斯かる巨大粒子は、通常、パーティクル又はスプラッツ（以下、まとめてパーティクル等と言う）と呼ばれる。

【0005】 従来、ターゲット材は、素材のインゴットをプレス又は圧延などの冷間塑性加工した後熱処理する方法によって製造されている。斯かる方法で製造されるアルミニウム合金製ターゲット材の結晶粒径は、アルミニウムの純度、添加金属の種類および量によって変化するが、一般に $50\sim 250\ \mu\text{m}$ の範囲である。

【0006】 しかしながら、上記の様な大きさの結晶粒が含有される内部組織のターゲット材は、スパッタリングの際、パーティクル等の発生数が多く、精密電子回路では不良品が多く発生すると言う問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記実情に鑑みなされたものであり、その目的は、スパッタリングによりアルミニウム合金薄膜を形成する際にパーティクル等の発生が少ないアルミニウム合金製ターゲット材を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明の要旨は、結晶組織内に亜結晶粒を形成させて成ることを特徴とするアルミニウム合金製スパッタリングターゲット材に存する。

【0009】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明において、アルミニウム合金は、アルミニウムに Si、Cu、Ti、Sc、Cr、Zr、Y、Nd、Hf 等の添加金属元素の 1 種または 2 種以上が添加されて成る。上記のアルミニウムとしては、目的とする精密な金属薄膜を形成するため、より高純度のものが使用され、その純度は、通常 99.99% 以上とされる。そして、添加金属元素の添加量は、合計として、通常 0.01~10 重量%、好ましくは 0.1~3 重量%とされる。

【0010】 本発明のアルミニウム合金製ターゲット材の特徴は、その結晶組織内に亜結晶粒を形成させて成る点に存する。ここに、亜結晶粒とは、別名サブグレインとも呼ばれ、近接する同一結晶の配列方向と僅かに違った配列方向をもつ結晶群であり、ひとつの結晶粒内に存在する粒子を言う。従って、各々の亜結晶粒は、結晶粒より遥かに小さい。本発明のターゲット材において微小粒子を構成する亜結晶粒は、目的とするスパッタリングの対象である素材合金と実質的に同一の素材組成を有する。

【0011】 ところで、ターゲット材表面のスパッタリング時点における粗さは、ターゲット材の結晶粒径の大きさと相関があり、結晶粒径を微細化することにより小さくすることが出来る。従って、結晶組織内に亜結晶粒を形成させた本発明のターゲット材は、スパッタリング時にパーティクル等の発生が少ないアルミニウム薄膜を形成することが出来る。上記の亜結晶粒の平均粒径は、実際的には、 $20\ \mu\text{m}$ 以下が好ましい。なお、本発明においては、結晶粒および亜結晶粒の粒径は、求積法により測定した平均粒径により示す。

【0012】 次に、本発明のターゲット材の製造方法について説明する。本発明のターゲット材は、ビレット又はスラブ形状のインゴット（以下、インゴットという）に加工されたアルミニウム合金に対して塑性加工を行なうことにより内部に亜結晶を形成させ、その後、冷却して製造される。

【0013】 上記の塑性加工とは、プレス、圧延などの処理による塑性変形を与えることを言い、その際の材料厚さの低下率は加工率と称される。上記の塑性加工は、

前記の従来法では冷間すなわち室温近辺で行なわれていたが、本発明においては温間または熱間で行うことが重要である。斯かる温間または熱間とは、通常 100 ~ 450℃ の範囲を意味し、具体的な温度は、アルミニウムへの添加金属の種類と添加量によって適宜調節される。

【0014】塑性加工温度が 100℃ 未満では、亜結晶粒が十分に形成されずに、冷間加工を行った場合と同様の加工組織となる。この場合、加工組織には加工前の粗大な結晶粒が残存し、使用中のターゲット材表面に大きい突起が生じる。さらに、斯かるターゲット材を使用した場合は、スパッタリング時の熱により結晶粒が回復し、または、部分再結晶が起こり、スパッタリング特性が不安定になる。

【0015】逆に、温度が 450℃ を超える場合は、亜結晶粒が形成されず、形成される再結晶粒が成長し、粗大な結晶粒が生成する。この場合、結晶粒が大きいため、結果としてターゲット材表面粗さが大きくなる。

【0016】また、上記の加工率は、通常 50 ~ 90 % とされる。この加工率が 50 % 未満の場合は、亜結晶粒の形成が不十分となる。

【0017】なお、従来、塑性加工後に行なわれている熱処理は、本発明においては別に行なう必要がなく、塑性加工後は、放冷することでもできるが、水中への投入など、急冷するのが好ましい。なお、塑性加工後、450℃ を超える温度に曝すのは好ましくない。

【0018】上記の様に得られたターゲット材は、所定の形状に裁断された後、通常、その裏面に冷却装置としてバックングプレートがハンダ付け法など公知の方法により接合される。このようなターゲットはバックングプレート接合型ターゲットと呼ばれる。なお、スパッタリング装置に固定のバックングプレートが具備されている場合は、個々のターゲット材にはバックングプレートは接合されず、スパッタリング装置に固定されたバックングプレート装置にセットしてスパッタリングに供せられる。

【0019】各々のターゲット材に接合されるバックングプレート及びスパッタリング装置に固定されているバックングプレートは、何れも熱伝導性が優れた材料にて構成され、斯かる材料としては、銅または銅系合金、アルミニウム又はアルミニウム系合金、チタン合金などが挙げられる。そして、バックングプレートには、スパッタリング操作によるターゲット材の昇温を防止するため、通常、公知の方法により冷却水の通路またはその他の水冷手段が具備されている。

【0020】上記のターゲット材の裏面にバックングプレートを接合して得られたターゲット及びそのまゝ使用するターゲット材は、通常、端面および表面を旋盤などにより面削り加工したり、または、研磨仕上げした後、スパッタリングに供される。

【0021】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

【0022】実施例 1

連続鋳造法によりシリコン 1 重量 % 及び銅 0.5 重量 % を含有するアルミニウム合金材料のインゴットを輪切りにし、その中の一つを 300℃ の加熱条件下で厚さが 1.8 mm (加工率 85%) の円盤になる様にプレス加工を行なった。得られた円盤は、水冷により室温まで冷却した後、上記の円盤から、直径 250 mm、厚さ 1.5 mm の円盤を切り出し、その表面および周縁端面を面削り加工してターゲット材とした。

【0023】スパッタリング装置 (日本真空技術社製 MLX3000) に具備されたバックングプレート装置に上記のターゲット材を装着し、外径 6 インチのシリコンウェーハを基板固定装置にセットし、バックングプレート装置に冷却水を循環しつつ、ターゲット材表面にアルゴンイオンを 7.5 秒間照射して、シリコンウェーハ上に厚さ約 1 μm のアルミニウム合金薄膜を形成した。

【0024】上記の使用前のターゲットは表面が面削り加工されているため、当該面削り加工の初期の影響を除くため、先ず 9.6 枚のシリコンウェーハに対して上記の予備スパッタリング操作を繰り返した後、改めて実施例として 1.2 枚のシリコンウェーハについてスパッタリング操作を繰り返した。スパッタリング操作の間、放電電圧の変動をモニターして 10 % 以上の放電電圧の変動を異常放電とし、1.2 枚 (延べ処理時間 1.5 分) のシリコンウェーハについて発生した異常放電回数の合計を異常放電回数とした。

【0025】1.2 枚のスパッタリング終了後、各シリコンウェーハ上に形成されたアルミニウム合金の薄膜中のパーティクル等の個数を測定した。斯かるパーティクル等の個数の測定には、レーザー式パーティクルカウンター (TENCOR INSTRUMENTS 社製商品「SF-6420」) を使用し、その際、外径 0.3 μm 以上のパーティクル等の個数をパーティクル個数とし、1.2 枚のシリコンウェーハのパーティクルの 1 枚当たりの平均個数をパーティクル数とした。

【0026】また、一連のスパッタリング操作が終了した後、スパッタリング装置からターゲット材を取り出し、ターゲット材の一部を切り出して鏡面研磨を施した後、エッチング処理を行ない、顕微鏡で結晶組織を観察した。上記のエッチング液として HCl : HNO₃ : HF : H₂O = 3 : 1 : 1 : 20 の混合液を使用した。上記の観察の結果、結晶粒は明確には存在せず、塑性加工前の結晶粒輪郭跡と思われる範囲が細かい多数のアルミニウムを主成分とする亜結晶粒で充満されているのが観察された。また、上記の研磨前のターゲット材表面の亜結晶粒の平均粒径を求積法により測定し、さらに、JIS B-0601 号の規定に準拠してその表面の表面粗

さRa値およびRmax値を測定し、その結果を表1に示した。

【0027】比較例1

実施例1において、塑性加工時の温度を室温に変更した以外は、実施例1と同様にしてターゲットを得た。このターゲットを使用し、実施例1と同様にスパッタリング操作を行ない、異常放電回数、パーティクル数、表面粗さRa値、Rmax値、結晶粒および亜結晶粒の粒径の測定を行なった。これらの測定結果を表1に示した。なお、ターゲット材の内部組織は、加工前の結晶組織が扁平につぶれた加工組織となっており、結晶組織内には亜結晶粒が認められなかった。

【0028】比較例2

実施例1において、塑性加工時の温度を室温に変更して円盤を得、この円盤を400℃に加熱昇温し、15分間エージングした後、水冷により室温まで冷却した以外は、実施例1と同様にしてターゲットを得た。このターゲットを使用し、実施例1と同様にスパッタリング処理

を行ない、異常放電回数、パーティクル数、表面粗さRa値、Rmax値、結晶粒および亜結晶粒の粒径の測定を行なった。これらの測定結果を表1に示した。なお、ターゲット材には亜結晶粒が認められなかった。

【0029】比較例3

実施例1において、塑性加工時の温度を室温に変更すると共に加工率を50%に変更して円盤を得、この円盤を500℃に加熱昇温し、15分間エージングした後、水冷により室温まで冷却した以外は、実施例1と同様にしてターゲットを得た。このターゲットを使用し、実施例1と同様にスパッタリング処理を行ない、異常放電回数、パーティクル数、表面粗さRa値、Rmax値、結晶粒および亜結晶粒の粒径の測定を行なった。これらの測定結果を表1に示した。なお、ターゲット材には亜結晶粒が認められなかった。

【0030】

【表1】

	実施例1	比較例1	比較例2	比較例3
塑性加工条件				
加工率(%)	85	85	85	50
加工温度(℃)	300	室温	室温	室温
熱処理温度(℃)	なし	なし	400	500
平均粒径				
結晶粒(μm)	なし	加工組織 (150-400)	60	150
亜結晶粒(μm)	17	なし	なし	なし
異常放電回数(回/15分間)	2	49	14	43
平均パーティクル数	5.6	27.4	13.1	22.9
スパッタ表面粗さ				
Ra(μm)	1.7	6.4	3.7	5.9
Rmax(μm)	18.5	67.3	38.0	66.0

【0031】表1の結果から明らかな様に、温間または熱間で塑性加工を行なって結晶組織内に亜結晶粒を形成させた実施例のターゲット材は、スパッタリングに供した際、従来のターゲット材(比較例：冷間塑性加工)と比較し、ターゲット材の表面粗さが小さく、異常放電回数40が低減し、パーティクル数が少ないアルミニウム合金薄膜を形成することが出来た。

【0032】

【発明の効果】以上、説明した本発明によれば、スパッタリングにより薄膜を形成する場合、パーティクル等の発生を低減でき、その結果、LSI等の配線形成などの目的に使用した場合、配線間の短絡などの障害が発生し難い配線パターンの形成が可能となるターゲット材を提供でき、本発明の工業的価値は大きい。